

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representation of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

## **IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY**

**As rescanning documents *will not* correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報 (A)

平3-185197

⑫ Int. Cl. 3

D 21 H 17/28  
A 47 K 10/16

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成3年(1991)8月13日

6654-2D  
8723-4L  
7003-4L

D 21 H 3/28  
5/00

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全3頁)

Z

⑭ 発明の名称 水分散性のよいティッシュペーパー

*translation attached*

⑮ 特願 平1-323780

⑯ 出願 平1(1989)12月15日

⑰ 発明者 植田 政良 群馬県渋川市半田2470番地 日本カーリット株式会社群馬工場内

⑰ 発明者 野口 宏之 群馬県渋川市半田2470番地 日本カーリット株式会社群馬工場内

⑰ 発明者 鈴木 博一 群馬県渋川市半田2470番地 日本カーリット株式会社群馬工場内

⑰ 出願人 日本カーリット株式会社 東京都千代田区丸の内1丁目2番1号

#### 明細書

##### 1. 発明の名称

水分散性のよいティッシュペーパー

##### 2. 特許請求の範囲

1. 紙材バルブに、陽イオン性ジアルデヒドデンプンを添加後、抄紙して得られる水分散性のよいティッシュペーパー。

2. ティッシュペーパーの坪量が12.5~

16.5 g/m<sup>2</sup>のときに、陽イオン性ジアルデヒドデンプンの添加量が紙材バルブに対して0.1~0.4%である請求項1記載のティッシュペーパー。

##### 3. 発明の詳細な説明

###### (品質上の利用分野)

本発明は引張強さに優れ、かつ、水分散性に優れたティッシュペーパーに関する。

###### (従来の技術)

ティッシュペーパーは、さらし化粧パルプを主原料とし、繊れても破れないように强度をえたた2枚重ねの複層紙で、廻りティッシュ、ボケツ

トティッシュ、トイレットティッシュ、タオルティッシュなどに分けることができる。廻りティッシュについては、JIS S 3104-1985により、坪量、引張強さ、吸水度、白色度、星光についての品質が規定され、一定の引張強さ(更生時横方向80 gf、廻潤時横方向60 gf)が要求されている。

###### (発明が解決しようとする課題)

トイレットティッシュは、水分散性を必要とするため、柔軟増強剤を使用することができないので、印刷度を上げたり、坪量を増すことにより強度不足を補っているが、風合いが劣り、紙面が多かたり、吸水強度が廻りティッシュに比較して弱めて弱い欠点がある。

また、廻りティッシュ、ボケットティッシュおよびタオルティッシュには、強度を出すために柔軟増強剤が使用されているので、吸水強度が強い反面、水分散性が悪いので、水流トイレに流すことはできない。特にボケットティッシュは、通常、廻りティッシュに近い引張強さを持っているが、

または加工適性を向上させるために導入リティッシュ以上の強度をもつものが一般的である。

このような強度のあるティッシュ、例えばポケットティッシュは、トイレットペーパーの替え付けの無いトイレで使用されることがあり、木挽トイレの配管の詰りの原因となり、浄化槽内で分散しにくい等のトラブルを生じる。

#### (問題を解決するための手段)

本発明は上記従来の問題点を解決するものであり、導入リティッシュのように引張強さを有し、かつ、トイレットティッシュのように水分吸収性の良いティッシュを提供することを目的とする。

すなわち本発明のティッシュは、原紙パルプに、弱カチオン性ジアルデヒドデンブンを添加後、抄紙して得られる水分吸収性のよいティッシュペーパーである。弱カチオン性ジアルデヒドデンブンの添加量は坪量との関係があり、一概に定めることはできないが、例えば、ティッシュペーパーの坪量が $12.5 \sim 16.5 \text{ g/m}^2$ のときに、弱カチオン性ジアルデヒドデンブンの添加量を原紙パルプに

パール、日本カーリット(株)製】を添加した。添加量はパルプに対して固形分換算で $0.05\%$ 、 $0.1\%$ 、 $0.2\%$ 、 $0.3\%$ 、 $0.4\%$ および $0.5\%$ の6種とした。添加後、良く混合してからジエットフォーマ型ティッシュ抄紙機を用い、抄紙幅 $140 \text{ cm}$ 、抄紙速度 $200 \text{ロ/ロ/1m}$ 、クレープ率 $20\%$ の条件で、ティッシュペーパーを製造し、第1表に示す坪量のティッシュペーパーを得た。

また、上記と同一の製造条件で、弱カチオン性ジアルデヒドデンブンを添加しないもの、および市販のエボキシ樹脂系接着剤(カイメンSS-7H、ディックハーキュレス社製)をパルプに対して固形分換算で $0.2\%$ 添加し、第1表に示す坪量のティッシュを得た。

上記のようにして得たティッシュの引張強さおよび水分吸収性を、市販のティッシュの性能と併せて第1表に示した。なお引張強さおよび水分吸収性の試験方法は以下の通りである。

#### 【引張強さ試験】(JIS S3104-1985に準拠)

対して固形分換算で $0.1 \sim 0.4\%$ にすると強度および水分吸収性の良好なティッシュが得られる。

本発明で使用する弱カチオン性ジアルデヒドデンブンは市販品もあるが、たとえば次のようにして製造される。溶解槽に水を入れ、 $\text{pH} 4 \sim 5$ に調整し、 $85^\circ\text{C}$ に昇温する。これにジアルデヒドデンブンを入れ加熱攪拌しながら溶解する。得られた溶液に濃塩酸を加えて $\text{pH} 3.0 \pm 0.5$ とした後、水浴により $30^\circ\text{C}$ まで冷却する。次にカチオン化剤(例えば、カチオン性アクリル酸塩ビニル共重合樹脂)を添加し、水で $10\%$ 程度に稀釈して弱カチオン性ジアルデヒドデンブンの水溶液を得る。

#### 【実験例】

次に本発明の効果を実験例および比較例により説明する。

純度 $34.0\text{ kg/m}^2$ のNBKP(ラボニア:フィンランド産針葉樹パルプ)をビーターに仕込み、リファイナーで処理して $14^\circ\text{SR}$ の中解性とし、そこに弱カチオン性ジアルデヒドデンブン[トネ

モ]時: 試験片は2枚重ね(一組)で、紙の横方向(抄紙時ににおける紙の流れの直角方向)に引張り、幅は $25 \text{ mm}$ 、つかみ間隔は $100 \text{ mm}$ とした。

強度時: 紙の縱方向(抄紙時ににおける紙の流れ方向)に引張るように固定端に取り付け、水で試験片を濡らさせ、乾燥時の測定と同様に行なった。

#### 【水分吸収試験】

試験片 $0.5 \text{ g}$ を、水 $250 \text{ mL}$ の入った $500 \text{ mL}$ の栓付三角フラスコに入れ、1回回 $200 \text{ 回}$ (ストローク幅 $40 \text{ mm}$ )の速さで振とうさせた後の分離状態を観察した。図1表中、○は完全にパルプ化した状態のものであり、△はバラにはぐれパルプ化寸前の状態のものであり、また、×は紙の状態のままのものを示す。

図1表から、本発明のティッシュペーパーは、市販の導入リティッシュやポケットティッシュと同等の初期強度を有しているが、水中では徐々に强度を失う性質を有することが分かる。

## 第 1 表

実験番	添加品 (添加量 %)	質量 (g/m)	引張強さ (gf)		水分吸収性データ			
			乾燥時 (横)	濡潤時 (縦)	1分後	3分後	5分後	60分後
1	無添加 (0.0)	13.1	72	42	○	○	○	○
2	トネパール * (0.05)	13.3	75	50	○	○	○	○
3	* (0.1)	13.0	81	61	△	○	○	○
4	* (0.2)	12.8	83	62	△	△	○	○
5	* (0.3)	13.7	85	63	△	△	○	○
6	* (0.4)	13.8	90	65	△	△	○	○
7	* (0.5)	13.2	107	70	×	×	△	○
8	カイメン ** (0.2)	13.3	86	94	×	×	×	×
	市販箱入りティッシュA	12.6	88	101	×	×	×	×
	市販箱入りティッシュB	12.8	87	104	×	×	×	×
	市販ポケットティッシュC	14.1	90	99	×	×	×	×
	市販トイレットティッシュD	10.2	76	45	○	○	○	○

\* 日本カーリット(株)製 カチオン性ジアルデヒドデンプン

\*\* ディックハーキュレス社製 ニボキシ樹脂系强力増強剤カイメン557H

また、実験番3～6のティッシュを水洗トイレで1週間使用し続け、7日後に浄化槽内を観察したところ、悪臭による対応効果でティッシュは完全にバルブ化し、詰管が詰まることもなかった。

## (発明の効果)

本発明のティッシュは、纏合い、手ざわり等を嫌なことなく、硬れ、穴など使用上の欠点もなく、箱入りティッシュ並みの強度を持ち、かつ、水分吸収性に優れているので水洗トイレに洗すことでき る有益なティッシュである。

THIS PAGE BLANK (USPTO)

Japanese Kokai Patent No. HEI 3[1991]-185197

---

Translated from Japanese by the Ralph McElroy Co., Custom  
Division, P. O. Box 4828, Austin, Texas 78765 USA

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

Code: 673-11941

JAPANESE PATENT OFFICE  
PATENT JOURNAL  
KOKAI PATENT NO.: HEI 3[1991]-185197

Int. Cl.<sup>5</sup>: D 21 H 17/28  
A 47 K 10/16  
D 21 H 3/28  
5/00

Sequence Nos. for Office Use: 6654-2D  
8723-4L  
7003-4L  
Application No.: HEI 1[1989]-323780  
Application Date: December 15, 1989  
Publication Date: August 13, 1991  
No. of Invention: 2 (Total of 3 pages)  
Examination Request: None

TISSUE PAPER WITH EXCELLENT DISPERSIBILITY IN WATER

Inventors: Masayoshi Ueda  
Gumma Kojo  
Nippon Carlit K.K.  
2470, Handa, Shibukawa-  
shi, Gumma-ken

Hiroyuki Noguchi  
Gumma Kojo  
Nippon Carlit K.K.  
2470, Handa, Shibukawa-  
shi, Gumma-ken  
Horokazu Suzuki  
Gumma Kojo  
Nippon Carlit K.K.  
2470, Handa, Shibukawa-  
shi, Gumma-ken  
Nippon Carlit K.K.  
1-2-1, Marunouchi,  
Chiyoda-ku, Tokyo

Applicant:

There are no amendments to this patent.

Claims

1. Tissue paper with excellent dispersibility in water, produced by adding weakly cationic dialdehyde starch to the feedstock pulp, followed by paper making.

2. Tissue paper described in Claim 1 of the patent application in which weakly cationic dialdehyde starch is added to the feedstock pulp at 0.1-0.4% when the surface density of the tissue paper is 12.5-16.5 g/m<sup>2</sup>.

### Detailed explanation of the invention

#### Industrial application

This invention is concerned with tissue paper with excellent tensile strength and excellent dispersibility in water.

#### Conventional technique

Tissue paper is produced in the form of two-ply thin paper that is strong when wet, i.e., doesn't brake when wet, manufactured from a feedstock of bleached pulp and can be classified into boxed tissue, pocket tissue, toilet tissue and towel tissue. As for boxed tissue, JIS S3104-1985 defines the quality of paper required [to make tissue paper] with regard to the surface density, tensile strength, water absorption, whiteness and fluorescence. The required tensile strength is 80 gf in the transverse direction when dry and 60 gf in the longitudinal direction when wet.

#### Problems to be solved by the invention

Tensile strength has, in the past, been increased in toilet tissue paper by enhanced beating of the pulp or increasing the surface density, since bonding agents could not be added for reinforcement of the tensile strength because of the required dispersibility in water. However, such procedures are beset with problems: the sense of touch of the paper is poor, powder is

easily scattered from the paper and the strength when wet is extremely weak compared to boxed tissue paper.

On the other hand, the wet strength is increased by adding a bonding agent in boxed tissue paper, pocket tissue paper and towel tissue paper, therefore these types of tissue paper cannot be used in the toilet because of poor dispersibility in water, despite their enhanced wet strength. Pocket tissue paper usually has a tensile strength close to that of boxed tissue paper or greater because of improved fabrication.

If tissue paper with a tensile strength such as pocket tissue papers is used in the toilet without toilet tissue paper, troubles are likely to occur such as clogging of the toilet pipes or nondegradability in the septic tank.

#### Methods to solve the problems

This invention solves the aforementioned problems and offers tissue paper with tensile strength comparable to that of box tissue paper and with dispersibility in water similar to a [conventional] toilet tissue paper.

The tissue paper of this invention is a tissue paper with excellent dispersibility in water obtained by paper making after adding weakly cationic dialdehyde starch to the pulp feedstock. The added amount of weakly cationic dialdehyde starch is dependent on the surface density of the paper and cannot be set to a particular value. Tissue paper with excellent strength and water dispersibility is obtained by adding weakly cationic dialdehyde starch as a solid at 0.1-0.4% to the pulp feedstock at a [tissue] surface density of 12.5-16.5 g/m<sup>2</sup>.

As the weakly cationic dialdehyde starch of this invention, commercial products can be used but it can also be prepared as follows: A reactor is loaded with water, the pH is adjusted to 4-5 and the temperature is raised to 85°C. Dialdehyde starch is added and dissolved by stirring and heating. The pH of solution thus obtained is adjusted to 3.0 ± 0.5 with concentrated hydrochloric acid and the solution is cooled to 30°C. Then an agent to render the dialdehyde starch cationic is added (e.g., cationic acrylate-vinyl acetate copolymer) and the solution is diluted with water to a concentration of about 10% to obtain an aqueous solution of cationic dialdehyde starch.

#### Application example

The effects of this invention is explained with an application and a comparative example.

A beater was loaded with 340 kg of NBKP ([expansion unknown] pulp of Lavonia [transliteration], coniferous tree from Finland) as the dry mass to be refined to the degree of beating of 14° SR. Weakly cationic dialdehyde starch (Tonepearl, trademark of Nippon Carlit K.K.) was added at 0.05, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4 and 0.5% (6 kinds) as a solid, with respect to the pulp. After mixing well, the pulp was used to produce tissue paper using a Jet [sic] tissue-formation paper machine at a paper width of 140 cm; the speed of the paper making was 200 m/min and the percentage of crepe was 20%, tissue papers with the surface densities as shown in Table I were obtained.

Under the same conditions of production, tissue papers with the surface densities shown in Table I were produced without

adding weakly cationic dialdehyde starch but with the addition of a commercial bonding agent (Caimen [transliteration] 557H, Dick Hercules Co.) at 0.2%, as a solid, with respect to pulp.

Table I shows the tensile strength and water dispersibility for the above-mentioned samples of tissue paper obtained, together with the properties of commercially available tissue paper. The tests for tensile strength and water dispersibility were carried out as follows.

#### Tensile strength test (according to JIS S3104-1985)

Dry: A 2-ply test sheet (1 set) was stretched in the transverse direction (at a right angle to the direction of paper flow during paper making) at a width of 25 mm and a clumped length of 100 mm.

Wet: The test sheet was clumped in the tester in the longitudinal stretching direction (direction of paper flow during the paper production) and the test sheet was moistened with water to carry out a test similar to the dry [tensile strength] test.

#### Water dispersibility test

0.5 g of the test sheet was placed in a 500-mL stoppered Erlenmeyer flask containing 250 mL of water; the flask was shaken 200 times per minute (at a stroke distance of 40 mm) to observe the paper dispersion. In Table I, the sign O indicates complete reversion of paper to pulp; the sign Δ indicates broken-up paper, i.e., paper just before turning into pulp, and the sign X indicates the persistence of the form of paper.

Table I shows that the tissue paper of this invention has an initial wet strength similar to commercially available boxed tissue paper or pocket tissue paper but the strength is gradually lost in water.

Samples of tissue paper of Experiment Nos. 3-6 were used continuously in a toilet for a week and the septic tank was observed at the end of the week. The tissue paper completely reverted to pulp by convection due to exposure to air and there was no clogging of the conduit [pipes].

#### Effects of the invention

The tissue paper of this invention has following beneficial effects: Tensile strength similar to boxed tissue paper without loss of its excellent feel to the touch and a texture without inconvenience in use, such as tearing or hole formation. It also exhibits excellent dispersibility in water so that the paper can be used as toilet tissue paper.

Table I.

- Key:
- 1 - Experiment No.
  - 2 - Added chemical (amount added %)
  - 3 - No addition
  - 4 - Tonepearl\*
  - 5 - Caimen\*\*
  - 6 - Commercial boxed tissue A
  - 7 - Commercial boxed tissue B
  - 8 - Commercial pocket tissue C
  - 9 - Commercial toilet tissue D
  - 10 - Surface density
  - 11 - Tensile strength
  - 12 - Dry (transverse)
  - 13 - Wet (longitudinal)
  - 14 - Water dispersibility data
  - 15 - Min later
- \* Weakly cationic dialdehyde starch from Nippon Carlit K.K.
- \*\* Dick Hercules Co., Caimen 557H epoxy-resin bonding agent

実験番 号	添加薬品 (添加量 %)	平 量 (g/m <sup>2</sup> )	引張強さ (gf)		分散性データ			
			乾燥時 (横)	湿潤時 (縦)	1分後	3分後	5分後	60分後
1	無添加 (3)	(0)	13.1	7.2	4.2	○	○	○
2	トネパール *	(0.05)	13.3	7.5	5.0	○	○	○
3	"	(0.1)	13.0	8.1	6.1	△	○	○
4	"	(0.2)	12.8	8.3	6.2	△	△	○
5	"	(0.3)	13.7	8.5	6.3	△	△	○
6	"	(0.4)	13.8	9.0	6.5	△	△	○
7	"	(0.5)	13.2	10.7	7.0	×	×	△
8	カイメン **	(0.2)	13.3	8.6	9.4	×	×	×
	市販箱入りティッシュA	(6)	12.6	8.8	10.1	×	×	×
	市販箱入りティッシュB	(7)	12.8	8.7	10.4	×	×	×
	市販ポケットティッシュC	(8)	14.1	9.0	9.9	×	×	×
	市販トイレットティッシュD	(9)	19.2	7.6	4.5	○	○	○